

Magnézium meghatározása talajkivonatokban

SZÜCS LÁSZLÓ

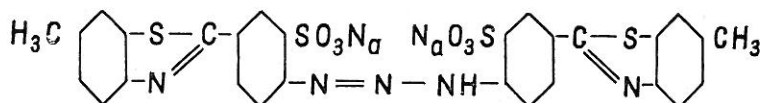
Agrokémiai Kutató Intézet Talajtani Osztálya, Budapest

A talajok adszorpciós komplexusának vizsgálata igen fontos szerepet játszik a talajkutatásokban. Az adszorbeált kationok (Ca, Mg, K, Na) mennyiségi és minőségi eloszlásától nagymértékben függ a talajok szerkezeti állapota, vízgazdálkodása, tápanyagszolgáltatása, műtrágyaigénye stb.

Az adszorbeált kationok meghatározására több eljárás ismeretes. Ez irányban folyó évtizedes kutatások eredményeit hazai irodalmunkban legutóbb *Klime-Szmik* (1) foglalta össze és fejlesztette tovább (2), úgyannyira, hogy ma már aránylag rövid idő alatt, egyszerű laboratóriumi eszközökkel és pontosan meghatározhatjuk az adszorbeált kationok mennyiségét.

Alábbiakban — az említett kationok közül — a magnézium meghatározására, a hazai talajlaboratóriumokban eddig alkalmazott, eléggé hosszadalmas analitikai eljárás helyett, egy gyorsabb, egyszerűbb és pontos vizsgálati módszert kívánok ismertetni, mely tömegvizsgálatokra is alkalmas.

Az eljárás lényege, hogy a magnézium lúgos közegben titánsárgával



Metilbenzotiazol (1,3)—4,4—diazoaminobenzo—(2,2,)—diszulfosav nátriumsója

védőkolloid-oldat (stabilizátor) jelenlétében málnaszínű adszorpciós vegyületet ad, mely kolorimetrikusan meghatározható.

A vonatkozó szakirodalom (3, 5) adatai szerint a következő kationok zavarának: ón, bizmut, alumínium, vas, mangán. A réz kis mennyiségben nem zavar. Bárium, kalcium, stroncium, kálium és nátrium a meghatározást nem zavarja. Tekintve, hogy a vizsgálandó talajkivonatokban a fent említett zavaró kationok nem fordulnak elő, az egyéb jelenlevő kationok pedig az eljárást nem befolyásolják, a magnéziumot közvetlenül a törzsoldatból határozhatjuk meg.

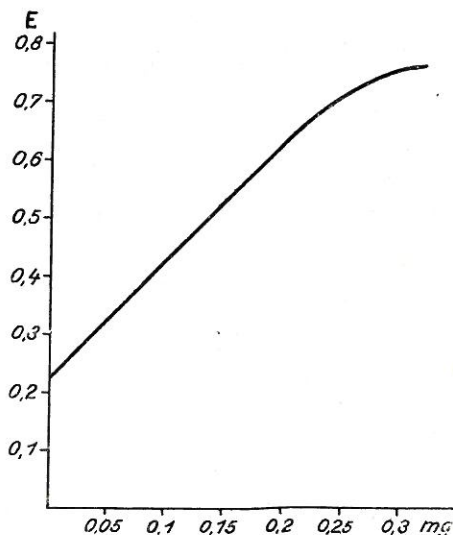
A talajok kicserélhető kationjainak kivonására *Mehlich* (4) szerint trietanolaminnal pufferolt báriumklorid oldatot használtam. Ebben a talajkivonatban az ellenőrző vizsgálatok szerint zavaró kationok nem találhatók.

A módszer kidolgozásánál olyan standard magnéziumoldattal dolgoztam, melynek 1 ml-e 0,103 mg magnéziumot tartalmazott. A standard magnézium-oldatból mikrobürettával 0,5, 1,0, 1,5, 2,0, 2,5, ml-t 50 ml-es normállombikba mértem. Az így bemért magnézium standard sorozathoz az alábbi vegyszereket adtam:

5 ml báriumkloridos trietanolamin [(*Mehlich* (4)]. (Ezt az oldatot a talajok kilúgzásánál alkalmazzuk. Szükséges az azonos koncentráció-viszonyok betartása miatt.)

2 ml n/10 sósav, (a talajoldat közömbösítésére),
 1 ml 1%-os zselatin, (védőkolloid),
 1 ml 1%-os kalcium oldat 0,01 n sósavban, (színmélység fokozására),
 2 ml 0,15%-os titánsárga,
 5 ml n nátriumhidroxid.

A fenti vegyszer-adagolás következőképpen is elvégezhető:
 5 ml báriumkloridos trietanolamin [Mehlich (4)]
 10 ml HCl, zselatin, Ca-oldat keveréke 10%-os alkoholban,
 2 ml 0,15%-os titánsárga
 5 ml n nátriumhidroxid.



1. ábra
 Magnézium mg és az extinkció közötti összefüggés

Megjegyzendő: a felsorolt reagensek hozzáadása előtt a normállombikokat félig töltjük deszt. vízzel és minden reagens hozzátétele után gyengén és óvatosan összerázzuk.

A vegyszerek hozzáadása után deszt. vízzel jelig töltve az oldatokat háromnegyedórán belül kolorimetráltam.

A mérést Pulfrich-rendszerű fotométeren végeztem. Mérésnél az 535 millimikron, maximális áteresztésű szűrőt (vil. zöld) és 20 mm-es küvetát alkalmaztam. A mérési eredmények alapján az extinkciók »E« és a hozzátartozó magnézium mg értékek a mellékelt görbét adták.

A görbe meredek és egyenes része magnézium meghatározására igen alkalmas. Ezen a részen a magnézium mg értékek és az extinkciók összefüggése

$$y = mx + b$$

típusú függvénnyel fejezhető ki. Ahol az »y« = »E«, az »x« = mg Mg.

A vizsgálandó oldatok magnézium-koncentrációját tehát úgy kell megválasztani, hogy az a görbe meredek és egyenes részére essék. Számos, különböző típusú talajjal végzett vizsgálataink eredményei azt mutatták, hogy mezőségi és szikes talajnál 10 g talaj bemérése és 250 ml talajkivonat készítése esetében a talaj törzs-oldatból 2–3 ml-t kell a magnézium meghatározására kivenni, míg homok talajnál 5 ml-t. Természetesen előfordulhatnak olyan szélsőséges esetek is, amikor a vizsgálandó oldat több magnéziumot tartalmaz és a leolvasott extinkció és így a magnézium mg érték is a görbe elhajló részére esik. Ilyen esetben a meghatározást kevesebb törzsoldatból kiindulva kell megismételni.

Az előbbi megfontolások figyelembevételével 2–3, vagy 5 ml törzsoldatot 50 ml-es normállombikba mérünk, hozzáadjuk a már előbb említett adagolásban és sorrendben az egyes vegyszereket és 45 percen belül kolorimetráljuk.

Ügyelnünk kell arra, hogy a bárium koncentrációk a standard és talajkivonatokban mindig azonosok legyenek. Így pl., ha a törzsoldatból csak 2 ml-t

veszünk ki, akkor a tiszta kilúgzó trietanolaminos báriumklorid-oldatból még 3 ml-t kell hozzátenni, hogy a koncentráció az említett vegyszeroldatra mind a standard-, mind a törzsoldatban azonos legyen.

Minden mérési sorozathoz külön standard-görbét veszünk fel. A standard-sorozattal meghatározott egyenlet alapján bármely törzsoldatból, — amelynek a magnézium koncentrációja a görbe meredek és egyenes részére esik — a magnézium meghatározható. De meghatározhatjuk a magnéziumot úgy is, hogy a görbéről közvetlenül leolvassuk a magnézium mg értékét. Ha az így leolvasott értéket megszorozzuk az 1. táblázatban feltüntetett megfelelő faktorial megkapjuk a magnézium mg e. é.-t 100 g talajra. Magnézium mg e. é. = faktor x görbén leolvasott mg Mg.

Az ismertetett vizsgálati eljárást oxichinolin (2), valamint ammonfoszfátos módszerrel (6) hasonlítottam össze. Az összehasonlítóvizsgálatok a 2. táblázatban feltüntetett értékeket adták.

A fenti magnézium-meghatározási eljárás nemcsak az itt ismertetett báriumkloridos talajkivonatoknál alkalmazható, hanem bármely talajkivonatnál, ha figyelembe vesszük a zavaró kationokat, valamint a koncentráció-viszonyokat. Minden esetben neutrális oldatokból kell kiindulni és a standard sorozatnál ugyanazokat a tiszta kilúgzó oldatokat kell alkalmazni, az azonos koncentráció miatt.

1. táblázat

A talajkivonatok vizsgálati eredményei alapján nyert faktorkok

| (1) Bemért talaj g | (2) 250 ml talajkivonatból | | |
|-----------------------------|-------------------------------|--------|-------|
| | 2 ml | 3 ml | 5 ml |
| 5 | 205,59 | 137,06 | 82,23 |
| 10 | 102,79 | 68,53 | 41,11 |
| 20 | 51,39 | 34,26 | 20,55 |

2. táblázat

Különböző módszerekkel végzett vizsgálati eredmények

| (1) A talaj megnevezése és mélysége cm-ben | (2) Titánsárgás | (3) Ammon- foszfátos | (4) Oxi- chinolin |
|--|--------------------|----------------------------|-------------------------|
| | módszer mg e. é. | | |
| Mezőségi vályog (5) | | | |
| 0—20 | 3,76 | — | 3,84 |
| 20—50 | 5,0 | — | 4,52 |
| Nyírségi homok (6) | | | |
| 0—20 | 2,34 | 2,51 | — |
| 20—30 | 3,17 | 3,23 | — |
| 30—50 | 4,49 | 4,20 | — |
| 70—90 | 3,60 | 3,62 | — |
| Fakószürke erdőtalaj (7) | | | |
| 85—100 | 3,47 | 3,59 | — |
| Rozsdabarna erdőtalaj (8) | | | |
| 50—100 | 3,50 | 3,31 | — |
| Szamos öntés (9) | | | |
| 0—20 | 8,0 | 7,75 | — |
| 20—50 | 7,20 | 7,01 | — |
| 50—80 | 5,35 | 5,39 | — |
| 90—100 | 3,97 | 4,10 | — |

A meghatározáshoz szükséges vegyszerek készítése

1. Báriumkloridos trietanolamin-oldat.

»A« oldat. 90 ml kereskedelmi trietanolamint (fs.: 1,126) egy liter deszt. vízzel elegyítünk és annyi normál sósavat adunk hozzá, hogy pH-ja 8,1 legyen (ez kb. 280—300 ml). Ezt feltöltjük deszt. vízzel 2 literre és összekeverjük 2 liter olyan oldattal, amelyben 100 g báriumklorid 2 H₂O van. A használandó deszt. víz mindig kiforralt legyen.

»B« oldat. 25 g $\text{BaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ -t egy liter vízben feloldunk.

A talajok kilúgzásánál az »A« oldatból 100 ml-t, a »B« oldatból 25 ml-t használunk.

A standard sorozathoz szükséges trietanolaminos báriumkloridot úgy készítjük, hogy 100 ml »A« oldatot és 25 ml »B« oldatot 250 ml-re hígítunk és ebből veszünk ki 5–5 ml-t.

2. $n/10 \text{ HCl}$.

3. 1%-os zselatin-oldat. 1 g zselatint 100 ml meleg deszt. vízben feloldunk és hűtjük. A zselatin-oldatot napenként kell készíteni.

4. 1%-os Ca-oldat 0,01 $n \text{ HCl}$ -ben. CaCl_2 sicc.-ból bemérünk 27,7 g-t és 500 ml-es mérőlombikban deszt. vízzel feloldva jelig töltjük. Az esetleges magnézium leválasztása céljából 50 ml $n \text{ NaOH}$ -t adunk hozzá. A levált csapadékot kékszalagos szűrőn szűrjük. A szüredéket $n \text{ HCl}$ -el semlegesítjük. Ehhez kb. 20–21 ml $n \text{ HCl}$ kell. A semlegesítést bromtimolkékkel nedvesített szűrőpapíron ellenőrizzük üvegbottal való rácseppentéssel. Az így semlegesített oldathoz 100 ml 0,1 $n \text{ HCl}$ -et adunk és feltöltjük 1000 ml-re.

5. 0,15%-os titánsárga. 0,15 g titánsárgát 100 ml-es mérőlombikban deszt. vízzel feloldunk és jelig töltjük. Sötét helyen 1–2 hétig eltartható.

6. $n \text{ NaOH}$. Gyakorlatilag szénsavmentes $n \text{ NaOH}$ készítendő.

7. Sósav, zselatin, kalcium keverékoldat 10%-os alkoholban. A 2., 3., 4. pont szerint készített oldatokból olyan keverékoldatot készítünk, amelynek 10 ml-ében 1 ml 1% zselatin, 2 ml $n/10$ sósav, 1 ml 1% Ca-oldat és 1 ml konc. alkohol legyen.

A keverékoldat használatának előnye az, hogy a keverékoldat sötét helyen hosszabb ideig eltartható és a meghatározást gyorsabbá teszi.

Összefoglalás

Új módszert dolgoztam ki talajkivonatok magnézium-tartalmának meghatározására. Az eljárás lényege az, hogy a magnézium lúgos közegben titánsárgával védő-kolloid-oldat jelenlétében málnaszínű adszorpciós vegyületet ad, mely kolorimetrikusan meghatározható.

A módszer egyszerű, gyors, pontos és tömegvizsgálatokra alkalmas.

Érkezett: 1953. február 15.

Irodalom

1. Klimes-Szmik, A.: Agrokémiai Kutató Intézet Évkönyve, 1951.
2. Klimes-Szmik, A.: Agrokémia és Talajtan, 1. 141.
3. Lange, B.: Kolorimetrische Analyse, Berlin, Verlag Chemie, 1941.
4. Mehlich, A.: Soil Science, 66. 429. 1948.
5. Sandell, E. B.: Colorimetric determination of traces of metals, New York, 1950.
6. Wiegner, G. & Pallmann, H.: Anleitung zum quantitativen agrikulturchemischen Praktikum, Berlin, Bornträger, 2. auflage, 255. 1938.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАГНИЯ В ПОЧВЕННЫХ ВЫТЯЖКАХ

Л. Сюч

Отдел Почвоведения Агрохимического Научно-Исследовательского Института, Будапешт

Выводы

Изучение поглощающего комплекса имеет весьма важное значение в исследованиях почв. Аналитический способ определения магния (из поглощенных катионов), примененный до сих пор в лабораториях Венгрии, крайне длителен и довольно затруднителен. Этим объясняется необходимость разработки метода, пригодного для относительно быстрого и точного определения магния простыми лабораторными приборами.

С этой целью автором был разработан новый способ — метод титановой желтой краски — для определения содержания магния в почвенных вытяжках. Сущность метода состоит в том, что в щелочной среде, при наличии защитного коллоида, магний образует с титановой желтой краской малинно-красное адсорбционные соединения, количество которого можно определить колориметрическим путем.

Этот разработанный способ был сравнен с методом фосфата аммония и оксихинолина. Полученные данные исследований показали сходные величины.

Метод прост, скоростен и точен, и пригоден для проведения массовых определений. Рис. 1. Связь между Mg (в мг э. в.) и экстинкцией.

Табл. 1. Факторы, полученные на основе результатов исследований почвенных вытяжек. (1) Отвешенная почва (в г). (2) Из 250 мл почвенной вытяжки.

Табл. 2. Результаты определений, проведенных различными методами. (1) Наименование почвы и ее глубина (в см). (2) Метод титановой желтой краски. (3) Метод фосфата аммония. (4) Метод оксихинолина (в мг э. в.). (5) Суглинистый чернозем. (6) Песок из Нирцга. (7) Светлосерая лесная почва. (8) Ржавчинно-бурая лесная почва. (9) Пойма р. Самош.

Dosage du magnésium dans des extraits de sol

L. SZÜCS

Section des Sols de l'Institut des Recherches Agronomiques, Budapest

Résumé

L'étude du complexe adsorbant des sols est d'une très haute importance dans les recherches pédologiques. La méthode employée dans les laboratoires hongrois pour le dosage du magnésium est fastidieuse et compliquée. Cela nous a amené à élaborer une méthode qui permet de doser le magnésium avec des ustensiles de laboratoire simples en un temps relativement court.

La méthode est basée sur l'emploi du jaune de titane. Le jaune de titane forme avec le magnésium, en milieu alcalin et en présence d'une colloïde protecteur, une combinaison d'adsorption, qu'on peut doser par colorimétrie.

Nous avons comparé cette méthode avec les méthodes au phosphate d'ammonium et à l'oxychinoline. Les résultats ont été identiques.

La méthode est simple, rapide et précise, elle se prête à des dosages en masse.

Fig. 1. Relation entre la quantité de Mg en mg. équ. et l'extinction.

Tabl. 1. Les facteurs obtenus d'après les résultats des extraits des sols examinés. (1) Échantillon de sol, g. (2) En 250 cm² d'extrait de sol.

Tabl. 2. Résultats obtenus par différentes méthodes. (1) Dénomination du sol et profondeur, cm. (2) Méthode au jaune de titane. (3) Méthode au phosphate d'ammonium. (4) Méthode à l'oxyquinoline, mg. équ. (5) Terre franche de steppe. (6) Sable de la Nyírség. (7) Sol de forêt gris. (8) Sol de forêt brun. (9) Alluvium de la Szamos.

Determination of Magnesium in Soil Extracts

L. SZÜCS

Department of Soil Science, Agrochemical Research Institute, Budapest

Summary

The investigation of the adsorption complex of soils is of great importance in soil research. The analytical method applied thus far in Hungarian soil laboratories for the determination of magnesium — when studying adsorbed cations — was rather tedious and inconvenient. Therefore it seemed necessary to evolve a method suitable for the reliable determination of magnesium in a relatively short time with the use of simple laboratory appliances.

With this aim a new method has been elaborated applying titanium yellow for the determination of magnesium in soil extracts. The method is based upon the principle that in an alkaline medium in the presence of a protecting colloid solution magnesium gives with titanium yellow a raspberry coloured adsorption compound and this compound lends itself readily for colorimetry.

The method evolved has been compared with the methods using ammonium phosphate and oxyquinoline. The obtained analytical results agreed satisfactorily with data of other methods.

The method proved simple, quick and suitable for mass investigations.

Fig. 1. Correlation of quantity of magnesium (expressed in mg equivalents) and of extinction values.

Table 1. Factors obtained on the basis of analyses of soil extracts. (1) Quantity of soil sample, g (2) In 250 ml soil extract.

Table 2. Analytical results obtained with the use of various methods. (1) Quality of soil and depth in cm. (2) Titanium-yellow method. (3) Ammonium phosphate method. (4) Oxyquinoline method, mg equivalents. (5) Steppe loam. (6) Nyírség sand. (7) Faint grey forest soil. (8) Rustbrown forest soil, (9) Alluvium of Szamos river.